

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-165049
 (43)Date of publication of application : 22.06.1999

(51)Int.Cl.

B01D 65/06
 B01D 65/02
 C02F 1/44

(21)Application number : 10-220138

(71)Applicant : JAPAN ORGANO CO LTD

(22)Date of filing : 04.08.1998

(72)Inventor : KAMETANI MARI
 KOBORI DAIJIRO
 UMEKA AKIKO

(30)Priority

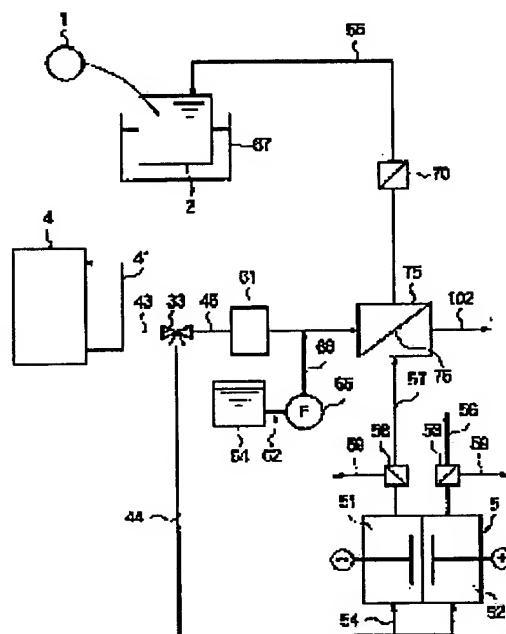
Priority number : 09271042 Priority date : 03.10.1997 Priority country : JP

(54) METHOD FOR CLEANING FILTER MEMBRANE FOR COLLECTING FINE GRAIN IN ULTRAPURE WATER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To effectively remove the contaminated fine grain depositing on a filter membrane for collecting the fine grain in ultrapure water and to reduce the permeability of ultrapure water through the membrane at the time of collecting the fine grain by cleaning the membrane in the ultrapure water with a dissolved hydrogen-contg. water prepared by dissolving gaseous hydrogen in the ultrapure water.

SOLUTION: A branch pipeline is disposed in a circulating line 41 laid between a primary pure water production line and a secondary pure water production line in this ultrapure water production device 4. A pipeline 43 is branched from the circulating line 41, and pipelines 44 and 45 are branched from the circulating line 41 through a three-way valve 33. Consequently, ultrapure water can be supplied to an ultrapure water electrolyzer 5 and a gas dissolving tank 75. The gaseous hydrogen obtained by the electrolyzer 5 is dissolved in ultrapure water in the tank 75 to obtain a dissolved hydrogen-contg. water. The dissolved hydrogen-contg. water is supplied to the cleaning tank 2 in an ultrasonic irradiation tank 67 through a pipeline 55 and irradiated with an ultrasonic wave in the tank 2, and a filter membrane 1 dipped in the dissolved hydrogen-contg. water is cleaned.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

EXAMPLE

[0062] as a wash water — ultrapure water, hydrogen dissolution water, and warming — hydrogen dissolution water, alkaline ultrapure water, and alkaline hydrogen dissolution water and warming — six sorts of alkaline hydrogen dissolution water were used. The result which compared the primary washing independent case with the case where primary washing and secondary washing are performed is shown in Table 1.

[0063]

[Table 1]

Kind of wash water	Number of particles per membrane	
	Primary washing	Primary washing + secondary washing
Ultrapure water	6.9×10^7	5.5×10^7
Hydrogen dissolution water	2.0×10^7	1.8×10^7
Warming hydrogen dissolution water	7.6×10^6	3.7×10^6
Alkaline ultrapure water	6.2×10^7	4.8×10^7
Alkaline hydrogen dissolution water	7.8×10^6	2.8×10^6
Warming alkaline hydrogen dissolution water	3.5×10^6	1.4×10^6

[0064] In Table 1, when the same wash water is used, a primary washing independent twist also shows that a cleaning effect increases [the direction which combined primary washing and secondary washing]. That is, most pollution particles are removed by primary washing and the detailed particle which remains is removed by secondary washing.

[0065] The detergency of a wash water was investigated in the [experiment 2] experiment 2. In this case, after washing an overflow method for 30 minutes like experiment 1, the filtration membrane fixed part lower part of the filtration membrane electrode holder of particle uptake equipment was equipped with the filtration membrane as secondary washing, and the method which strikes and applies a wash water to a film surface was washed for 30 minutes. Primary washing and secondary washing were performed using the same wash water. As a wash water, four sorts of ultrapure water, hydrogen dissolution water, alkaline ultrapure water, and alkaline hydrogen dissolution water were used. A result is shown in Table 2.

[0066]

[Table 2]

Kind of wash water	Number of particles per membrane
Ultrapure water	5.5×10^7
Hydrogen dissolution water	1.8×10^7
Alkaline ultrapure water	4.8×10^7
Alkaline hydrogen dissolution water	2.8×10^6

[0067] As shown in Table 2, as compared with ultrapure water or alkaline ultrapure water, the cleaning effect of hydrogen dissolution water and alkaline hydrogen dissolution water increased notably, and it turns out that especially alkaline hydrogen dissolution water has water about 20 times of ultrapure water, and about 6.5 times the detergency of the hydrogen dissolution.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-165049

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月22日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

B 0 1 D 65/06

B 0 1 D 65/06

65/02

5 1 0

65/02

5 1 0

C 0 2 F 1/44

C 0 2 F 1/44

J

審査請求 未請求 請求項の数17 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平10-220138

(22) 出願日 平成10年(1998) 8月4日

(31) 優先権主張番号 特願平9-271042

(32) 優先日 平9 (1997) 10月3日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000004400

オルガノ株式会社

東京都江東区新砂1丁目2番8号

(72) 発明者 亀谷 良理

東京都江東区新砂1丁目2番8号 オルガ
ノ株式会社内

(72) 発明者 小堀 大二郎

東京都江東区新砂1丁目2番8号 オルガ
ノ株式会社内

(72) 発明者 梅香 明子

東京都江東区新砂1丁目2番8号 オルガ
ノ株式会社内

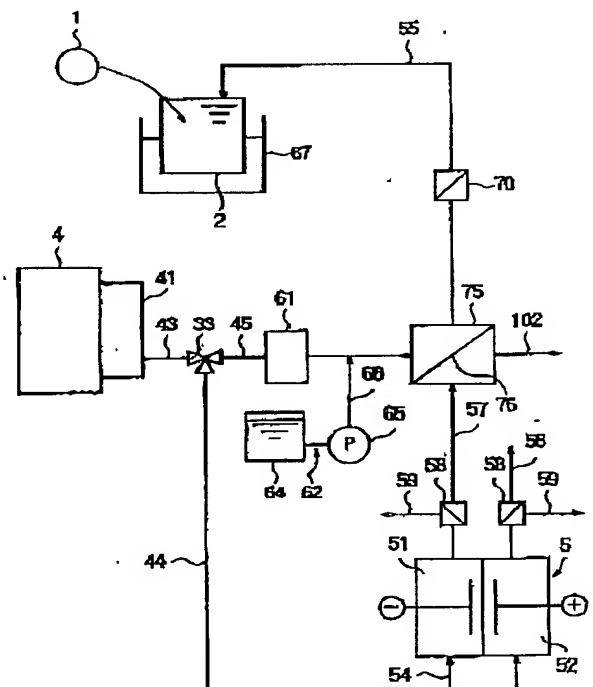
(74) 代理人 弁理士 畑中 芳実 (外2名)

(54) 【発明の名称】 超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄方法

(57) 【要約】

【課題】 超純水中に含まれる微粒子数を測定する際に使用される微粒子捕捉用濾過膜に付着している汚染微粒子を効果的に除去することができ、したがって微粒子捕捉時における濾過膜への超純水の通水量の低減、濾過時間の短縮を図ることができる洗浄方法を提供する。

【解決手段】 濾過膜の洗浄水として超純水に水素ガスを溶解してなる水素溶解水を用いる。さらに好ましくは、①洗浄水への超音波照射、②洗浄水の加温、③洗浄水の加温及び洗浄水への超音波照射、④洗浄水のpH調整、⑤洗浄水のpH調整及び洗浄水への超音波照射、⑥洗浄水のpH調整及び加温、又は、⑦洗浄水のpH調整及び加温並びに洗浄水への超音波照射を行う。これらの場合、洗浄水への超音波照射では波長0.8~3MHzの超音波を用いることが好ましい。また、洗浄水の加温では洗浄水を30~100℃に加温し、洗浄水のpH調整ではpHをアルカリ側にする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】超純水に水素ガスを溶解してなる水素溶解水により超純水中の微粒子捕捉用濾過膜を洗浄することを特徴とする超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄方法。

【請求項2】水素溶解水に超音波を照射する請求項1に記載の洗浄方法。

【請求項3】水素溶解水を30～100℃に加温する請求項1に記載の洗浄方法。

【請求項4】水素溶解水を30～100℃に加温するとともに、水素溶解水に超音波を照射する請求項1に記載の洗浄方法。

【請求項5】水素溶解水のpHをアルカリ側に調整する請求項1に記載の洗浄方法。

【請求項6】水素溶解水のpHをアルカリ側に調整するとともに、水素溶解水に超音波を照射する請求項1に記載の洗浄方法。

【請求項7】水素溶解水のpHをアルカリ側に調整するとともに、水素溶解水を30～100℃に加温する請求項1に記載の洗浄方法。

【請求項8】水素溶解水のpHをアルカリ側に調整し、かつ水素溶解水を30～100℃に加温するとともに、水素溶解水に超音波を照射する請求項1に記載の洗浄方法。

【請求項9】水素溶解水が流れる管の流出部に超音波照射手段を備えた洗浄水噴射ノズルを連結し、前記超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル内を流れる水素溶解水に超音波を照射するとともに、洗浄水噴射ノズルの先端から超音波を付加した水素溶解水を濾過膜の膜面に打ち当てることにより濾過膜を洗浄する請求項2、4、6又は8に記載の洗浄方法。

【請求項10】周波数0.8MHz～3MHzの超音波を照射する請求項2、4、6、8又は9に記載の洗浄方法。

【請求項11】請求項1～10のいずれか1項に記載の洗浄方法による濾過膜の一次洗浄と、膜保持手段で濾過膜を保持し、この濾過膜の膜面に洗浄水を打ち当てることによる濾過膜の二次洗浄とを順次行うことを特徴とする超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄方法。

【請求項12】洗浄槽内に水素溶解水を連続的に注入し、この水素溶解水に濾過膜を浸漬するとともに、水素溶解水を洗浄槽から連続的にオーバーフローさせることにより、請求項1～8のいずれか1項に記載の洗浄方法によって一次洗浄を行い、さらに一次洗浄と同じ洗浄水を用いて二次洗浄を行う請求項11に記載の洗浄方法。

【請求項13】水素溶解水が流れる管の流出部に超音波照射手段を備えた洗浄水噴射ノズルを連結し、前記超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル内を流れる水素溶解水に超音波を照射するとともに、洗浄水噴射ノズルの先端から超音波を付加した水素溶解水を濾過膜の膜面に

打ち当てることにより、請求項2、4、6、8又は10に記載の洗浄方法によって一次洗浄を行い、さらに超音波照射を行わないこと以外は一次洗浄と同じ洗浄水を用いて二次洗浄を行う請求項11に記載の洗浄方法。

【請求項14】二次洗浄において、膜保持手段として、洗浄する濾過膜を使用する超純水中の微粒子捕集装置の濾過器の濾過膜固定部下部を用いる請求項11～13のいずれか1項に記載の洗浄方法。

【請求項15】超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄に代えて、超純水中の微粒子捕集装置及び該捕集装置を設置する通水系を構成する部品の内の1個以上を洗浄する請求項1～14のいずれか1項に記載の洗浄方法。

【請求項16】超純水中の微粒子捕集装置及び該捕集装置を設置する通水系を構成する部品の内の1個以上の洗浄と一緒に超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄を行う請求項15の記載の洗浄方法。

【請求項17】水素溶解水のORPが-100mV以下である請求項1～16のいずれか1項に記載の洗浄方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、超純水中に含まれる微粒子数を測定する際に使用される微粒子捕捉用濾過膜の洗浄方法に関する。

【0002】

【従来の技術】半導体製造、薬品製造等において使用される超純水には、近年、さらなる水質の向上が要求されている。そのため、超純水の水質管理項目の一つである超純水中の微粒子数に関しても高度な要求がなされており、例えばその要求水質は、0.1 μ m以上の粒径の微粒子が超純水1ml当たり1個以下という高レベルの場合もある。

【0003】超純水製造設備において、目的の水質が維持されていることを確認することは重要なことである。前述した超純水中の微粒子の評価方法としては、レーザー散乱や音波を利用したオンライン法の他に、濾過膜で超純水を濾過したときに該濾過膜上に捕捉される微粒子を光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡を用いて測定する直接検算法がある。

【0004】直接検算法では、超純水製造設備の出口水、一般的には2次純水装置の出口水が流れる配管からサンプリング配管を分岐して超純水の一部を流し、途中に配置した微粒子捕捉用濾過膜で一定水量の超純水を濾過して、該超純水中に含まれる微粒子を捕捉する捕捉操作と、この微粒子捕捉操作を行った濾過膜について、走査型電子顕微鏡等による膜表面の撮影、画像処理等を行って微粒子数を計数する計数操作とを実施する。

【0005】なお、超純水中の微粒子捕捉用濾過膜は、例えば直径25mm程度の大きさのものであって、走査型電子顕微鏡等により全膜面を直接観察することは実際

上は困難であることから、通常は、視野を移動させて有効濾過面積の0.01%前後を実観察し、全有効濾過面積による捕捉微粒子数は計算で求めるようにしている。

【0006】例として、前記基準である0.1 μ m以上の粒径の微粒子が超純水1ml当たり1個以下であることを直接検鏡法を用いて証明する場合を示す。微粒子捕捉用濾過膜には、膜の種類、製膜法、計数する微粒子の基準粒径等にもよるが、新品であっても製膜過程や取り扱い過程で多数の微粒子が不可避免的に付着しており、その膜上の初期付着微粒子数は測定対象を粒径0.1 μ m以上の粒子とした場合で $10^5 \sim 10^6$ 個、粒径0.05 μ m以上の粒子とした場合には $10^1 \sim 10^4$ 個にも及ぶ。

【0007】そのため、例えば濾過膜に初期付着している汚染微粒子数が 10^4 個オーダーであるときに1個/ml以下の水質を確認する際には、捕捉された微粒子数が測定精度上有意であると証明するために、捕捉微粒子が初期汚染微粒子と同数又はそれ以上となる水量を濾過膜に通水している。また、通水しない濾過膜をブランク膜としてこのブランク膜上の微粒子数を計測し、通水した膜上の微粒子実測値からブランク膜上の微粒子実測値を差し引いた値を単位通水量当たりの捕捉微粒子数に換算して評価している。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】超純水に対する要求水質は近時ますます高度になっており、それは超純水中に含まれる微粒子についても同様で、さらに微細な粒径の微粒子を測定する必要性が生じている。したがって、かかる微細な粒径の微粒子を直接検鏡法を用いて評価するためには、より孔径の小さい微粒子捕捉用濾過膜を用いる必要がある。

【0009】孔径の小さい微粒子捕捉用濾過膜を用いると、測定範囲が広がり、小さな粒径の微粒子も計測されるため、初期の汚染微粒子が多く計測される。例えば、粒径0.05 μ m以上の初期汚染微粒子数は $10^1 \sim 10^4$ 個であり、この場合超純水中の微粒子を測定するためには、捕捉微粒子数が初期汚染微粒子数と同数又はそれ以上となる水量を通水しなければならないことから、 $10^5 \text{ ml} = 100 \text{ m}^3$ という莫大な通水量が必要となり、濾過時間も長時間となる。

【0010】本発明は、前記事情に鑑みてなされたもので、超純水中の微粒子捕捉用濾過膜に付着している汚染微粒子を効果的に除去することができ、したがって微粒子捕捉時における濾過膜への超純水の通水量の低減、濾過時間の短縮を図ることができる洗浄方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は、前記目的を達成するため、下記(1)～(8)に示す超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄方法を提供する。

(1) 超純水に水素ガスを溶解してなる水素溶解水により超純水中の微粒子捕捉用濾過膜を洗浄することを特徴とする超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄方法。

(2) 水素溶解水に超音波を照射する(1)の洗浄方法。

(3) 水素溶解水を30～100℃に加温する(1)の洗浄方法。

(4) 水素溶解水を30～100℃に加温するとともに、水素溶解水に超音波を照射する(1)の洗浄方法。

(5) 水素溶解水のpHをアルカリ側に調整する(1)の洗浄方法。

(6) 水素溶解水のpHをアルカリ側に調整するとともに、水素溶解水に超音波を照射する(1)の洗浄方法。

(7) 水素溶解水のpHをアルカリ側に調整するとともに、水素溶解水を30～100℃に加温する(1)の洗浄方法。

(8) 水素溶解水のpHをアルカリ側に調整し、かつ水素溶解水を30～100℃に加温するとともに、水素溶解水に超音波を照射する(1)の洗浄方法。

【0012】超純水に水素ガスを溶解してなる水素溶解水（以下単に水素溶解水ということもある）を超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄水として用いた場合、単なる超純水や通常の洗浄薬剤（アンモニア水等）を洗浄水として用いた場合に比べ、優れた汚染微粒子除去効果が得られる。また、本発明の洗浄方法(2)では洗浄水への超音波照射、(3)では洗浄水の加温、(4)では洗浄水の加温及び洗浄水への超音波照射、(5)では洗浄水のpH調整、(6)では洗浄水のpH調整及び洗浄水への超音波照射、(7)では洗浄水のpH調整及び加温、(8)では洗浄水のpH調整及び加温並びに洗浄水への超音波照射を行うので、水素溶解水をそのまま洗浄水として用いる場合よりも、さらに優れた汚染微粒子除去効果が得られる。

【0013】以下、本発明につきさらに詳しく説明する。本発明の洗浄方法(1)～(8)では、超純水に水素ガスを溶解してなる水素溶解水により超純水中の微粒子捕捉用濾過膜を洗浄する。水素溶解水としては、例えば、(i)水素ガスをバブリングにより超純水に溶解させた水素溶解水、(ii)水素ガスをガス透過膜を介して超純水に溶解させた水素溶解水、(iii)水素ガスをエジェクタを用いて超純水に溶解させた水素溶解水等を用いることができるが、これらに限定されるものではない。この場合、水素ガスとしては、例えばガスボンベに充填された水素ガス、水を電気分解して生成させた水素ガス等を用いることができるが、超純水を電気分解して生成させた高純度水素ガスを用いることが特に好ましい。

【0014】本発明の洗浄方法(1)～(8)においては、水素溶解水として、ORP（酸化還元電位）が-100mV以下、特に-700～-800mVのものをを用いることが、高い汚染微粒子除去効果を得る点で好まし

い。

【0015】また、本発明の洗浄方法(1)～(8)において、水素溶解水を得るために水素を溶解する超純水としては、微粒子含有量が測定対象の超純水と同等又はそれより少ない超純水を用いることが好ましい。

【0016】本発明の洗浄方法(2)では、水素溶解水で濾過膜を洗浄するに当たり、水素溶解水に超音波を照射する。この場合、超音波の周波数に限定はないが、周波数0.8～3MHzの超音波(以下、メガヘルツ帯の超音波ということもある)が好ましく、これにより極めて高い汚染微粒子除去効果を得ることができる。メガヘルツ帯の超音波として、特に好ましいのは、周波数0.9～1.5MHzのものである。

【0017】本発明の洗浄方法(3)では、水素溶解水で濾過膜を洗浄するに当たり、水素溶解水を30～100℃に加温する。水素溶解水の温度が30℃より低いと、水素溶解水を室温で用いた場合と同等の効果しか得られない。また、水素溶解水の温度を100℃より高くしても、著しい効果の増大は期待できず、また洗浄操作が煩雑になる。水素溶解水のより好ましい加温温度は40～80℃であり、最も好ましい加温温度は40～60℃である。

【0018】本発明の洗浄方法(4)では、水素溶解水で濾過膜を洗浄するに当たり、水素溶解水を30～100℃に加温するとともに、水素溶解水に超音波を照射する。水素溶解水の加温温度の詳細については洗浄方法(3)と同様であり、超音波の詳細については洗浄方法(2)と同様である。

【0019】本発明の洗浄方法(5)では、水素溶解水で濾過膜を洗浄するに当たり、水素溶解水のpHをアルカリ側に調整する。ここで、「水素溶解水のpHをアルカリ側に調整する」とは、水素溶解水のpHが7より大きくなるように調整することをいう。水素溶解水のpHが7以下であると、汚染微粒子の除去効率が低下する。水素溶解水のより好ましいpHは8～13、特に9～12である。

【0020】本発明の洗浄方法(6)では、水素溶解水で濾過膜を洗浄するに当たり、水素溶解水のpHをアルカリ側に調整するとともに、水素溶解水に超音波を照射する。水素溶解水のpHの詳細については洗浄方法(5)と同様であり、超音波の詳細については洗浄方法(2)と同様である。

【0021】本発明の洗浄方法(7)では、水素溶解水で濾過膜を洗浄するに当たり、水素溶解水のpHをアルカリ側に調整するとともに、水素溶解水を30～100℃に加温する。水素溶解水のpHの詳細については洗浄方法(5)と同様であり、水素溶解水の加温温度の詳細については洗浄方法(3)と同様である。

【0022】本発明の洗浄方法(8)では、水素溶解水で濾過膜を洗浄するに当たり、水素溶解水のpHをアル

カリ側に調整し、かつ水素溶解水を30～100℃に加温するとともに、水素溶解水に超音波を照射する。水素溶解水のpHの詳細については洗浄方法(5)と同様であり、水素溶解水の加温温度の詳細については洗浄方法(3)と同様であり、超音波の詳細については洗浄方法(2)と同様である。

【0023】本発明の洗浄方法(1)～(8)において、前述した各洗浄水を用いて濾過膜を洗浄する際の洗浄態様に限定はないが、例えば下記①又は②の洗浄態様を好適に採用することができる。

①洗浄槽内に洗浄水を連続的に注入し、この洗浄水に濾過膜を浸漬するとともに、洗浄水を洗浄槽から連続的にオーバーフローさせる態様(オーバーフロー方式)。この場合、膜のみを洗浄水に浸漬して浮遊させるようにしてもよく、膜ホルダ等の膜保持手段で濾過膜を保持し、この膜保持手段全体を洗浄水に浸漬するようにしてもよい。

②膜ホルダ等の膜保持手段で濾過膜を保持し、この濾過膜の膜面に直接洗浄水を打ち当てて、膜面に洗浄水を連続して流す方法(打ち当て方式)。

【0024】また、前記①又は②の洗浄態様において、水素溶解水に超音波を照射する方法、水素溶解水を加温する方法、水素溶解水のpHをアルカリ側に調整する方法としては、例えば下記のもの挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0025】超音波照射

①の洗浄態様においては、洗浄槽に超音波照射手段を設置し、この超音波照射手段によって洗浄槽内の水素溶解水に超音波を照射する方法を採ることができる。②の洗浄態様においては、水素溶解水が流れる管の流出部に超音波照射手段を備えた洗浄水噴射ノズルを連結し、上記超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル内を流れる水素溶解水に超音波を照射するとともに、洗浄水噴射ノズルの先端から超音波を付加した水素溶解水を濾過膜の膜面に直接打ち当てる方法を採ることができる。

【0026】加温

①の洗浄態様においては、水素溶解水が流れる管に加温手段を設置し、この加温手段によって管内を流れる水素溶解水を所定温度に加温した後、管の流出部から水素溶解水を洗浄槽に注入する方法を採ることができる。②の洗浄態様においては、上記と同様にして管内を流れる水素溶解水を所定温度に加温した後、管の流出部から水素溶解水を濾過膜の膜面に直接打ち当てる方法を採ることができる。この場合、管から流出する洗浄水をそのまま膜面に打ち当てるだけでも効果はあるが、管の流出部に噴射ノズル等の洗浄水噴射手段を取り付けてもよい。なお、水素溶解水を加温する場合、超純水に水素ガスを溶解する前に超純水を加温してもよく、超純水に水素ガスを溶解した後に水素溶解水を加温してもよい。

【0027】pH調整

①の洗浄態様においては、水素溶解水が流れる管にpH調整手段を設置し、このpH調整手段によって管内を流れる水素溶解水のpHをアルカリ側に調整した後、管の流出部から水素溶解水を洗浄槽に注入する方法を採ることができる。②の洗浄態様においては、上記と同様にして管内を流れる水素溶解水のpHをアルカリ側に調整した後、管の流出部から水素溶解水を濾過膜の膜面に直接打ち当てる方法を採用することができる。この場合、管から流出する洗浄水をそのまま膜面に打ち当てるだけでも効果はあるが、管の流出部に噴射ノズル等の洗浄水噴射手段を取り付けてもよい。なお、水素溶解水のpHを調整する場合、超純水に水素ガスを溶解する前に超純水のpHを調整してもよく、超純水に水素ガスを溶解した後に水素溶解水のpHを調整してもよい。

【0028】本発明において、洗浄水への超音波照射、洗浄水の加温及び洗浄水のpH調整の2つ以上を組み合わせる洗浄を行う場合、前述した超音波照射方法、加温方法及びpH調整方法を適宜組み合わせればよい。また、加温及びpH調整の順番は適宜設定できる。

【0029】本発明においては、前述した洗浄方法

(1)～(8)を前述した態様①(オーバーフロー方式)で実施することにより濾過膜の一次洗浄を行った後、さらに濾過膜の二次洗浄を前述した態様②(打ち当て方式)で実施することによって、濾過膜に付着している汚染微粒子をより効果的に除去することができる。すなわち、上記一次洗浄によって汚染微粒子の殆どを除去した後、上記二次洗浄によって残存している微細な微粒子を除去することにより、極めて優れた微粒子除去効果を得ることができる。

【0030】また、一次洗浄及び二次洗浄の態様に限定はないが、超音波照射を行う洗浄方法、すなわち洗浄方法(2)、(4)、(6)又は(8)においては、①のオーバーフロー方式又は前記超音波照射手段を備えた洗浄水噴射ノズルを用いて②の打ち当て方式で一次洗浄を行った後、超音波照射を行わないこと以外は一次洗浄と同じ洗浄水を用いて同様に②の打ち当て方式で二次洗浄を行う態様を採用することができる。この場合、二次洗浄においては、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル内を流れる洗浄水に超音波を照射せずに、該洗浄水噴射ノズルから洗浄水を噴射すればよい。洗浄方法

(1)、(3)、(5)又は(7)のように超音波照射を行わない洗浄方法では、一次洗浄で打ち当て方式を採用することは膜とホルダとの間の微粒子や膜内部に存在する微粒子の洗浄が困難であるため好ましくないが、超音波照射手段を備えた洗浄水噴射ノズルを用い、超音波を付加した洗浄水によって②の打ち当て方式で洗浄を行った場合、付加した超音波により濾過膜及び該膜に付着している微粒子に振動が与えられるため、膜内部や膜とホルダとの間の微粒子をも洗浄することができ、非常に効率良く洗浄が行われる。また、一次洗浄から二次洗浄

への操作が簡便であり、作業時の膜汚染のおそれが極めて低いため好ましい。

【0031】また、超音波照射を行わない洗浄方法、すなわち洗浄方法(1)、(3)、(5)又は(7)においては、①のオーバーフロー方式で一次洗浄を行った後、一次洗浄と同じ洗浄水を用いて②の打ち当て方式で二次洗浄を行う態様を好適に採用することができる。

【0032】前述した打ち当て方式による二次洗浄においては、膜保持手段として、洗浄する濾過膜を使用する超純水中の微粒子捕集装置の濾過器の濾過膜固定部下部(後述)を用いることが適当である。このようにすると、二次洗浄後に濾過膜を動かすことなく直ちに濾過器に取り付けることができ、濾過膜に微粒子が付着する時間、すなわち洗浄終了時から濾過器への濾過膜取り付け時までの時間を短縮することができるので、二次洗浄後の膜の外部汚染の可能性を低減することができ、濾過膜の汚染微粒子数を非常に少なくすることができる。

【0033】本発明においては、超純水中の微粒子捕集用濾過膜と一緒に、又は、超純水中の微粒子捕集用濾過膜に代えて、前述した超純水中の微粒子捕集用濾過膜の洗浄方法によって、超純水中の微粒子捕集装置及び該捕集装置を設置する通水系を構成する部品の内の1個以上を洗浄することができる。このような部品としては、例えば、濾過膜を装着する濾過器、超純水通水配管から採水するためのジョイント、採水した超純水の通水配管等を挙げることができる。このような部品を洗浄することで、本来超純水に含まれていたものでない部品付着の微粒子が濾過膜に捕捉され、その結果測定誤差が生じることを効果的に防止することができる。

【0034】

【発明の実施の形態】【第1実施形態例】図1は、本発明を実施するための洗浄装置の一例を示すフロー図である。図1において、1は洗浄対象である超純水中の微粒子捕集用濾過膜であり、本例の洗浄装置においては、濾過膜1をバッチ式洗浄槽2内の洗浄水に浸漬した状態とし、洗浄水を供給しながらオーバーフローさせる方法で濾過膜1の洗浄を行う。

【0035】図1において、4は従来の一般的な構成の超純水製造装置を示す。この超純水製造装置4は、二次純水(超純水)製造系の出口(超純水送出口)から一次純水製造系と二次純水製造系との間の一次純水タンクに戻すように循環系41が配管されているとともに、その循環系41の途中でユースポイントに超純水を給水する分岐配管(図示せず)が設けられている。

【0036】本例の洗浄装置では、上記循環系41の途中に配管43を分岐接続するとともに、この配管43にさらに三方弁33により配管44及び45を分岐接続することにより、超純水電解装置5及びガス溶解槽75に超純水を給水するようにしてある。そして、超純水電解装置5で得られた水素ガスをガス溶解槽75で超純水に

溶解することにより、超純水に水素ガスを溶解してなる水素溶解水が得られるようにしてある。図中54は、上記配管44を2つに分岐して超純水電解装置5のカソード室51、アノード室52にそれぞれ超純水を供給するように接続された配管のうちのカソード室51への供給配管である。

【0037】超純水電解装置5では、配管44を通して該装置5内に導入された超純水が電気分解され、カソード室51で生成した高純度水素ガスは、水素ガス供給管57によりガス溶解槽75に送られる。ガス溶解槽75にはガス透過膜76が設けられ、配管45からガス溶解槽75に供給される超純水に、ガス透過膜76を介して超純水電解装置5から供給される水素ガスが溶解され、水素溶解水が生成される。この水素溶解水は、配管55を介して洗浄槽2に供給される。図1において58は気液分離装置、59は電気分解した後の超純水を排出する排出管、56は電解装置5のアノード室52で生成した高純度オゾンガスの流出管、102は水素ガス排出管を示す。なお、水素ガスの場合と同様にオゾンガスの流出管56にガス溶解槽を接続し、このガス溶解槽で超純水にオゾンガスを溶解することにより、超純水にオゾンガスを溶解してなるオゾン溶解水を得ることもできる。

【0038】本例の洗浄装置においては、配管45に該配管45を流れる超純水を所定温度に加熱する加熱手段61が設けられている。また、本例の洗浄装置においては、配管45を流れる超純水のpHをアルカリ側に調整するpH調整手段62が設置されている。このpH調整手段62は、アンモニア水貯槽64からポンプ65により供給管66を介して配管45を流れる超純水にアンモニア水を注入するものである。

【0039】さらに、本例の洗浄装置においては、超音波発振装置（図示せず）を備えた超音波照射槽67内に洗浄槽2が設置されており、この超音波照射槽67によって洗浄槽2内の洗浄水に超音波を照射できるようになっている。この場合、洗浄水は洗浄槽2から超音波照射槽67にオーバーフローする。なお、超音波照射を行わない場合は、もちろん超音波照射槽67は不要である。

【0040】なお、図中70は、水素溶解水を洗浄槽2に供給する配管55の途中に設けられた濾過用フィルタであり、これは例えば前述したpH調整手段62からの微粒子混入等を考慮して、これを除去するために設けられている。

【0041】本例の洗浄装置を用いて本発明の洗浄方法(1)～(8)を実施する場合、下記のように行う。

洗浄方法(1)

配管43、45を介して超純水をガス溶解槽75に導入し、得られた水素溶解水を配管55を介して洗浄槽2内に連続的に注入してオーバーフローさせる。そして、洗浄槽2内の水素溶解水に濾過膜1を浸漬する。

【0042】洗浄方法(2)

上記洗浄方法(1)において、超音波照射槽67によって洗浄槽2内の水素溶解水に超音波を照射する。

【0043】洗浄方法(3)

加熱手段61によって配管45を流れる超純水を所定温度に加熱した後、この超純水をガス溶解槽75に導入し、得られた水素溶解水を配管55を介して洗浄槽2内に連続的に注入してオーバーフローさせる。そして、洗浄槽2内の水素溶解水に濾過膜1を浸漬する。

【0044】洗浄方法(4)

上記洗浄方法(3)において、超音波照射槽67によって洗浄槽2内の水素溶解水に超音波を照射する。

【0045】洗浄方法(5)

配管43、45を介して超純水をガス溶解槽75に導入する。このとき、pH調整手段62によって配管45を流れる超純水のpHをアルカリ側に調整する。さらに、得られたアルカリ性の水素溶解水を配管55を介して洗浄槽2内に連続的に注入してオーバーフローさせる。そして、洗浄槽2内の水素溶解水に濾過膜1を浸漬する。

【0046】洗浄方法(6)

上記洗浄方法(5)において、超音波照射槽67によって洗浄槽2内の水素溶解水に超音波を照射する。

【0047】洗浄方法(7)

加熱手段61によって配管45を流れる超純水を所定温度に加熱した後、この超純水をガス溶解槽75に導入する。このとき、pH調整手段62によって配管45を流れる超純水のpHをアルカリ側に調整する。さらに、得られたアルカリ性の水素溶解水を配管55を介して洗浄槽2内に連続的に注入してオーバーフローさせる。そして、洗浄槽2内の水素溶解水に濾過膜1を浸漬する。

【0048】洗浄方法(8)

上記洗浄方法(7)において、超音波照射槽67によって洗浄槽2内の水素溶解水に超音波を照射する。

【0049】〔第2実施形態例〕図2は、本発明を実施するための洗浄装置の他の例を示すフロー図である。図2において、1は洗浄対象である超純水中の微粒子捕捉用濾過膜であり、この濾過膜1は膜ホルダ等の膜保持手段81に水平に保持されている。また、本例の洗浄装置では、配管55の流出部に超音波照射手段を備えた洗浄水噴射ノズル82が連結されており、上記超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる洗浄水に超音波を照射するとともに、洗浄水噴射ノズル82の先端から超音波を付加した洗浄水を噴射して濾過膜1の膜面に打ち当てることができるようになっている。なお、本例の装置は、上記の点以外は第1実施形態例の装置と同じであるため、図2において、図1の装置と同一構成の部分には、同一参照符号を付してその説明を省略する。

【0050】本例の洗浄装置を用いて本発明の洗浄方法(1)～(8)を実施する場合、下記のように行う。

洗浄方法(1)

配管43、45を介して超純水をガス溶解槽75に導入

し、得られた水素溶解水を配管55から洗浄水噴射ノズル82に流す。そして、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる水素溶解水に超音波を照射せずに、洗浄水噴射ノズル82の先端から水素溶解水を噴射して濾過膜1の膜面に打ち当てる。また、洗浄水噴射ノズル82を介さずに水素溶解水を配管55から直接濾過膜1の膜面に打ち当ててもよい。

【0051】洗浄方法(2)

上記洗浄方法(1)において、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる洗浄水に超音波を照射する。

【0052】洗浄方法(3)

加温手段61によって配管45を流れる超純水を所定温度に加温した後、この超純水をガス溶解槽75に導入し、得られた水素溶解水を配管55から洗浄水噴射ノズル82に流す。そして、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる水素溶解水に超音波を照射せずに、洗浄水噴射ノズル82の先端から水素溶解水を噴射して濾過膜1の膜面に打ち当てる。また、洗浄水噴射ノズル82を介さずに水素溶解水を配管55から直接濾過膜1の膜面に打ち当ててもよい。

【0053】洗浄方法(4)

上記洗浄方法(3)において、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる洗浄水に超音波を照射する。

【0054】洗浄方法(5)

配管43、45を介して超純水をガス溶解槽75に導入する。このとき、pH調整手段62によって配管45を流れる超純水のpHをアルカリ側に調整する。さらに、得られたアルカリ性の水素溶解水を配管55から洗浄水噴射ノズル82に流す。そして、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる水素溶解水に超音波を照射せずに、洗浄水噴射ノズル82の先端から水素溶解水を噴射して濾過膜1の膜面に打ち当てる。また、洗浄水噴射ノズル82を介さずに水素溶解水を配管55から直接濾過膜1の膜面に打ち当ててもよい。

【0055】洗浄方法(6)

上記洗浄方法(5)において、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる洗浄水に超音波を照射する。

【0056】洗浄方法(7)

加温手段61によって配管45を流れる超純水を所定温度に加温した後、この超純水をガス溶解槽75に導入する。このとき、pH調整手段62によって配管45を流れる超純水のpHをアルカリ側に調整する。さらに、得られたアルカリ性の水素溶解水を配管55から洗浄水噴射ノズル82に流す。そして、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる水素溶解水に超音波を照射せずに、洗浄水噴射ノズル82の先端から水素溶解水を噴射して濾過膜1の膜面に打ち当てる。また、洗浄

水噴射ノズル82を介さずに水素溶解水を配管55から直接濾過膜1の膜面に打ち当ててもよい。

【0057】洗浄方法(8)

上記洗浄方法(7)において、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル82内を流れる洗浄水に超音波を照射する。

【0058】なお、第1実施形態例、第2実施形態例の装置を用いて前述した一次洗浄、二次洗浄を行う場合、超音波照射を行う洗浄方法、すなわち洗浄方法(2)、

(4)、(6)又は(8)においては、第1実施形態例の装置により前記のようにしてオーバーフロー方式の超音波洗浄を行うか、第2実施形態例の装置により前記のようにして打ち当て方式の超音波洗浄を行った後、同じく第2実施形態例の装置により洗浄水に超音波を照射せずに一次洗浄と同じ洗浄水を用いて打ち当て方式の洗浄を行う態様を好適に採用することができる。また、超音波照射を行わない洗浄方法、すなわち洗浄方法(1)、

(3)、(5)又は(7)においては、第1実施形態例の装置により前記のようにしてオーバーフロー方式の洗浄を行った後、第2実施形態例の装置により一次洗浄と同じ洗浄水を用いて打ち当て方式の洗浄を行う態様を好適に採用することができる。この場合、第1実施形態例、第2実施形態例の装置の切替は、配管55の流出部への洗浄水噴射ノズル82の着脱等によって簡単に行うことができる。

【0059】上記二次洗浄においては、膜保持手段として、洗浄する濾過膜を使用する超純水中の微粒子捕集装置の濾過器の濾過膜固定部下部を用いることが適当である。すなわち、図3は微粒子捕集装置の濾過器の一例を示す。図3において、91はアッセンブリリング、92はキャップ、93は上側サポートグリッド、94はフラットガスケット、95は濾過膜、96は下側サポートグリッド、97はOリング、98はベース(下台)を示す。Oリング97及びフラットガスケット94はキャップ92とベース98との間をシールするもので、濾過器によってはOリングが濾過膜95の上側に配置されていることもある。濾過膜固定部下部とは、超純水中の微粒子捕集装置の濾過器において、濾過膜の下側に配されて濾過膜を固定する部分をいう。図3の例では、下側サポートグリッド96、Oリング97及びベース98が濾過膜固定部下部99を構成している。なお、Oリングが濾過膜95の上側に配置されている場合は、Oリングは濾過膜固定部下部に含まれない。二次洗浄において膜保持手段として上述した濾過膜固定部下部を用いると、洗浄後に直ちに濾過膜を微粒子捕集装置に設置できるので、二次洗浄後の膜の外部汚染の可能性を低減することができる。

【0060】

【実施例】下記実験1～5を行った。この場合、下記に示す超純水中の微粒子捕捉用濾過膜の洗浄を下記洗浄水

を用いて行い、洗浄後の膜上の微粒子数を下記測定装置を用いてJIS-K0554（超純水中の微粒子測定方法）により測定した。

濾過膜

アノポアメンブレン（ワットマンジャパン（株）製）

孔径0.02 μ m、有効濾過面積283mm²

走査型電子顕微鏡

S-4000（（株）日立製作所製）、加速電圧10KV

超音波発振装置

・PULSEJET W-357P-25（本多電子（株）製）

・ハイメガソニック CA-68S-61（（株）カイジョー製）

加温装置

フッ素樹脂製薬液ヒーターECE-190型（（株）セラ製）

洗浄水

①超純水

②超純水に水素ガスを溶解した水素溶解水

③50℃の水素溶解水（加温水素溶解水）

④アンモニアを添加してpHを10にした超純水（アルカリ性超純水）

⑤アンモニアを添加してpHを10にした水素溶解水（アルカリ性水素溶解水）

⑥50℃のアルカリ性水素溶解水（加温アルカリ性水素溶解水）

【0061】[実験1] 実験1では、一次洗浄及び二次洗浄を行うことの効果を調べた。まず、一次洗浄として、フッ素樹脂製ピーカ内に洗浄水を連続的に注入し、洗浄水内に膜を浮遊させつつ、30分間オーバーフロー方式の洗浄を行った。その後、二次洗浄として、ホルダに濾過膜をその微粒子捕捉面を上にして装着し、膜の微粒子捕捉面に洗浄水を打ち当てる方式の洗浄を30分間行った。一次洗浄と二次洗浄は同じ洗浄水を用いて行った。二次洗浄時のホルダとしては、超純水中の微粒子捕集装置の濾過膜ホルダ（濾過器）の濾過膜固定部下部を用いた。

【0062】洗浄水としては、超純水、水素溶解水、加温水素溶解水、アルカリ性超純水、アルカリ性水素溶解水、加温アルカリ性水素溶解水の6種を用いた。一次洗浄単独の場合と、一次洗浄及び二次洗浄を行った場合とを比較した結果を表1に示す。

【0063】

【表1】

洗浄水の種類	微粒子数（個/膜）	
	一次洗浄	一次洗浄+二次洗浄
超純水	6.9×10^7	5.5×10^7
水素溶解水	2.0×10^7	1.8×10^7
加温水素溶解水	7.6×10^6	3.7×10^6
アルカリ性超純水	6.2×10^7	4.8×10^7
アルカリ性水素溶解水	7.8×10^6	2.8×10^6
加温アルカリ性水素溶解水	3.5×10^6	1.4×10^6

【0064】表1より、同じ洗浄水を用いた場合、一次洗浄単独よりも、一次洗浄と二次洗浄とを組み合わせた方が洗浄効果が増大する事がわかる。すなわち、大部分の汚染微粒子は一次洗浄によって除去され、残存する微細な微粒子は二次洗浄によって除去されるものである。

【0065】[実験2] 実験2では、洗浄水の洗浄力を調べた。この場合、実験1と同様にして30分間オーバーフロー方式の洗浄を行った後、二次洗浄として微粒子捕集装置の濾過膜ホルダの濾過膜固定部下部に濾過膜を装着し、膜面に洗浄水を打ち当てる方式の洗浄を30分間行った。一次洗浄と二次洗浄は同じ洗浄水を用いて行った。洗浄水としては、超純水、水素溶解水、アルカリ性超純水、アルカリ性水素溶解水の4種を用いた。結果を表2に示す。

【0066】

【表2】

洗浄水の種類	微粒子数（個/膜）
超純水	5.5×10^7
水素溶解水	1.8×10^7
アルカリ性超純水	4.8×10^7
アルカリ性水素溶解水	2.8×10^6

【0067】表2に示すように、超純水やアルカリ性超純水と比較して、水素溶解水、アルカリ性水素溶解水の洗浄効果は顕著に増大し、特にアルカリ性水素溶解水は、超純水の約20倍、水素溶解水の約6.5倍の洗浄力を持つことがわかった。

【0068】[実験3] 実験3では、洗浄水に超音波を照射してオーバーフロー方式及び打ち当て方式で一次洗浄を行うことの効果を調べた。オーバーフロー方式による一次洗浄では、超音波照射手段を備えた石英製の洗浄槽に膜を浮遊させ、洗浄水に周波数0.95MHzの超音波を照射して3分間洗浄を行った（超音波照射オーバーフロー方式）。また、打ち当て方式による一次洗浄で

洗浄効果は顕著に増大し、特にアルカリ性水素溶解水は、超純水の約20倍、水素溶解水の約6.5倍の洗浄力を持つことがわかった。

洗浄効果は顕著に増大し、特にアルカリ性水素溶解水は、超純水の約20倍、水素溶解水の約6.5倍の洗浄力を持つことがわかった。

は、微粒子捕集装置の濾過膜ホルダの濾過膜固定部下部に濾過膜をその微粒子捕捉面を上にして装着するとともに、洗浄水が流れる管の流出部に超音波照射手段を備えた洗浄水噴射ノズルを連結した。そして、上記超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル内を流れる洗浄水に超音波を照射するとともに、洗浄水噴射ノズルの先端から超音波を付加した洗浄水を噴射して濾過膜の膜面に打ち当てる洗浄（超音波照射打ち当て方式）を3分間行った。超音波の周波数は1.5MHzとした。2次洗浄としては、一次洗浄がどちらの方式の場合も、超音波照射手段によって洗浄水噴射ノズル内を流れる水素溶解水に

超音波を照射せずに、洗浄水噴射ノズルの先端から洗浄水を噴射して濾過膜の膜面に打ち当てる洗浄（打ち当て方式）を30分間行った。

【0069】洗浄水としては、超純水、水素溶解水、アルカリ性水素溶解水の3種を用いた。実験2で行った一次洗浄が超音波を照射しない場合（オーバーフロー方式）と、実験3で行った一次洗浄が超音波を照射した場合（超音波照射オーバーフロー方式及び超音波照射打ち当て方式）とを比較した結果を表3に示す。

【0070】

【表3】

洗浄水の種類	微粒子数（個/膜）		
	一次洗浄		
	オーバーフロー方式		打ち当て方式
	超音波照射せず	超音波照射有り	超音波照射有り
超純水	5.5×10^7	1.1×10^6	2.5×10^7
水素溶解水	1.8×10^7	8.7×10^5	9.2×10^6
アルカリ性水素溶解水	2.8×10^6	6.6×10^5	3.2×10^6

【0071】表3に示すように、オーバーフロー方式による一次洗浄では、洗浄水に超音波を照射しない場合（オーバーフロー方式）と、超音波を照射した場合（超音波照射オーバーフロー方式）とを比較すると、超音波を照射しない場合の所要時間が30分間であるのに対し、超音波を照射した場合は3分間で十分であるため所要時間が大幅に短縮される上、超音波を照射した場合の洗浄効果が顕著に増大することが分かった。特に、超純水に超音波を照射した場合は、照射しない場合に比べて洗浄力が50倍に増大するものであった。また、一次洗浄において洗浄水に超音波を照射しない場合（オーバーフロー方式）と、打ち当て方式で超音波を照射した場合（超音波照射打ち当て方式）とでは、ほぼ同等の洗浄効果が得られる。しかし、超音波を照射しないオーバーフロー方式の所要時間が30分間であるのに対し、超音波照射打ち当て方式は3分間で同等の効果が得られるの

で、超音波照射打ち当て方式を用いると、超音波を照射しないオーバーフロー方式に較べて一次洗浄に要する時間が1/10程度に短縮されることが分かった。

【0072】【実験4】実験4では、洗浄水を加温することの効果について検討した。この場合、実験1と同様にして30分間オーバーフロー方式の洗浄を行った後、二次洗浄として微粒子捕集装置の濾過膜ホルダの濾過膜固定部下部に濾過膜を装着し、膜面に洗浄水を打ち当てる方式の洗浄を30分間行った。一次洗浄と二次洗浄は同じ洗浄水を用いて行った。

【0073】洗浄水としては、超純水、水素溶解水、アルカリ性水素溶解水の3種を用い、これらを一次洗浄、二次洗浄共に、常温状態（20℃）又は加温状態（50℃）で使用した。結果を表4に示す。

【0074】

【表4】

洗浄水の種類	微粒子数（個/膜）	
	常温（20℃）	加温（50℃）
超純水	5.5×10^7	1.5×10^7
水素溶解水	1.8×10^7	3.7×10^6
アルカリ性水素溶解水	2.8×10^6	1.4×10^6

【0075】表4より、同じ洗浄水を用いた場合、加温することにより洗浄効果が顕著に増大する事がわかる。例えば、アルカリ性水素溶解水では、常温時と比較すると約2～3倍洗浄効果が上がり、超純水常温洗浄と比較すると約40～45倍の洗浄効果が認められる。また、超純水加温法でも水素溶解水常温法よりも効果がある。さらに、水素溶解水製造には特別な装置が必要であるのに対し、加温するためには洗浄水出口の上流側に加温装置を取り付けるだけよいので、加温法には装置構成、操

作が簡易になるというメリットもある。

【0076】【実験5】実験3で用いた超音波照射オーバーフロー方式及び超音波照射打ち当て方式による洗浄と、実験4で用いた加温洗浄とを併用して検討した。この場合、一次洗浄及び2次洗浄としては、実験3と同様にして、超音波照射オーバーフロー方式又は超音波照射打ち当て方式の洗浄を3分間行った後、超音波照射手段によって水素溶解水に超音波を照射せずに、打ち当て方式の洗浄を30分間行った。

【0077】洗浄水としては、超純水、水素溶解水、アルカリ性水素溶解水の3種を用い、これらを一次洗浄、二次洗浄共に、常温状態（20℃）又は加温状態（50

℃）で使用した。結果を表5に示す。

【0078】

【表5】

	微粒子数（個／膜）					
	一次洗浄の種類					
	オーバーフロー		打ち当て	オーバーフロー		打ち当て
超音波照射	無	有	有	無	有	有
洗浄水温度（℃）	20	20	20	50	50	50
合計所要時間（分）	60	33	33	60	33	33
超純水	6.5×10^7	1.1×10^6	2.5×10^7	1.5×10^7	9.2×10^5	9.4×10^6
水素溶解水	1.8×10^7	8.7×10^5	9.2×10^6	3.7×10^6	7.4×10^5	5.0×10^6
アルカリ性水素溶解水	2.8×10^6	6.5×10^5	3.2×10^6	1.4×10^6	5.4×10^5	1.5×10^6

【0079】表5より、超音波照射洗浄及び加温洗浄を各々単独で用いるよりも、両者を併用した方が洗浄効果が向上することがわかる。例えば、アルカリ性水素溶解水を用い、超音波照射オーバーフロー及び加温を併用することにより得られる洗浄効果は、超純水常温洗浄の約102倍であった。また、アルカリ性水素溶解水では、加温洗浄のみ行ったときの洗浄力と、超音波照射打ち当て及び加温を併用したときの洗浄力とはほぼ同等であったが、加温洗浄のみの場合は所要時間が約1時間であるのに対し、超音波照射打ち当て及び加温を併用した場合は1/2の約30分間で同じ成果が得られた。

【0080】以上のように、実験例1～4より、下記のことからわかる。

- ・超純水と比較すると、水素溶解水の方が洗浄効果が大きい。また、pHをアルカリ側に調整したアルカリ性水素溶解水は、pHを調整しない水素溶解水よりさらに洗浄効果が高い。
- ・超音波照射オーバーフロー洗浄は、超音波を照射しない場合と比較して洗浄効果が極めて高く、しかも洗浄時間を大幅に短縮することができる。また、超音波照射打ち当て洗浄は、超音波を照射しない場合と比較して洗浄効果はほぼ同等であるが、洗浄時間の短縮という意味ではかなり大きなメリットがあり、さらに一次洗浄を超音波照射打ち当て方式で行うことにより、一次洗浄から二次洗浄への操作を極めて簡便にすることができ、洗浄作業時の膜の外部汚染の可能性を極めて低くすることができる。

- ・加温洗浄は、超純水、水素溶解水、アルカリ性水素溶解水のいずれでも効果的である。

- ・加温洗浄、超音波照射打ち当て方式の洗浄を組み合わせ

せた場合、超純水、水素溶解水、アルカリ性水素溶解水のいずれでも効果的である。また、アルカリ性水素溶解水においては、加温洗浄単独の場合と同等の洗浄力であったが、洗浄時間の短縮という意味では効果が大きい。

【0081】

【発明の効果】本発明によれば、超純水中の微粒子捕捉用濾過膜に付着している汚染微粒子を効果的に除去することができ、したがって微粒子捕捉時における濾過膜への超純水の通水量の低減、濾過時間の短縮を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を実施するための洗浄装置の一例を示すフロー図である。

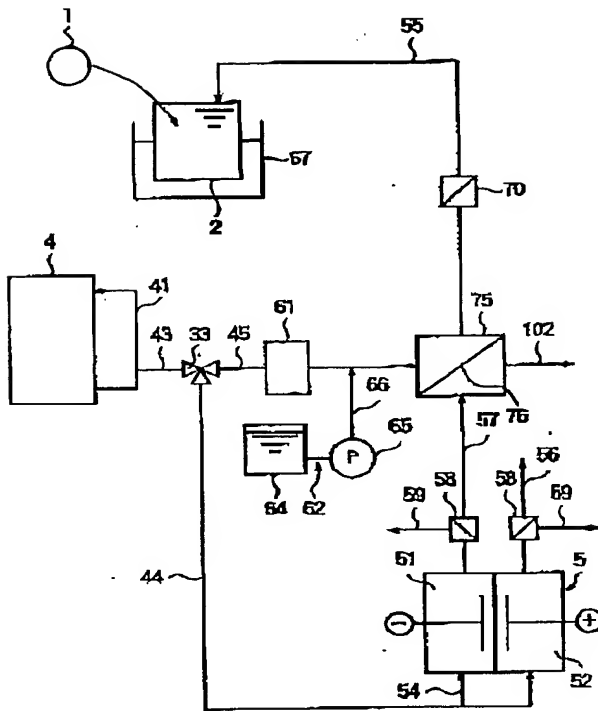
【図2】本発明を実施するための洗浄装置の他の例を示すフロー図である。

【図3】超純水中の微粒子捕集装置の濾過器を示す分解斜視図である。

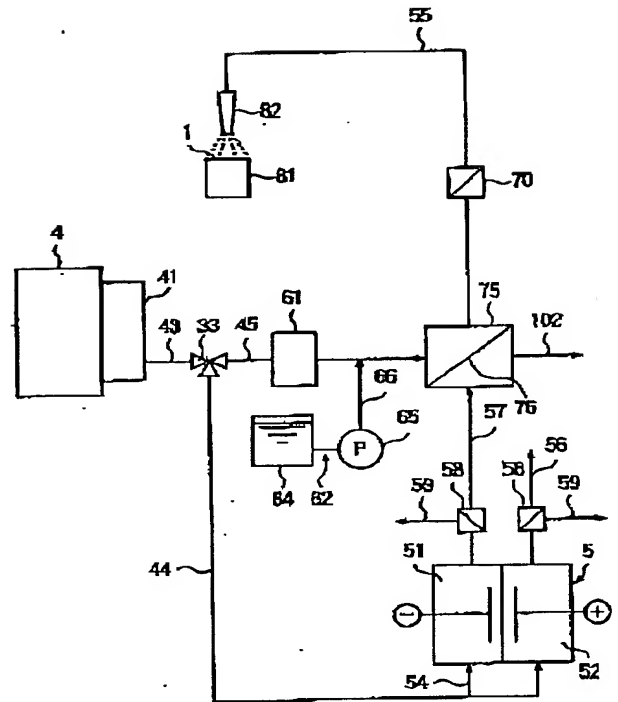
【符号の説明】

- 1 超純水中の微粒子捕捉用濾過膜
- 2 洗浄槽
- 4 超純水製造装置
- 5 超純水電解装置
- 61 加温手段
- 62 pH調整手段
- 67 超音波照射手段
- 75 ガス溶解槽
- 76 ガス透過膜
- 81 膜保持手段
- 82 超音波照射手段を備えた洗浄水噴射ノズル

【例 1】



【図 2】



【圖 3】

